

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10265748 A**

(43) Date of publication of application: **06.10.98**

(51) Int. Cl.

C09J 9/02
C09J 11/04
C09J201/00
H01B 1/22

(21) Application number: **09073711**

(22) Date of filing: **26.03.97**

(71) Applicant: **ASAHI CHEM IND CO LTD**

(72) Inventor: **SEO ATSUSHI**
TANABE TSUNEAKI

(54) ELECTROCONDUCTIVE ADHESIVES

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain electroconductive adhesives having both adhesion properties and reworking properties, manifesting high conductivity and long term stability of the conductivity by using a specific organic binder with a specific conductive filler.

SOLUTION: This adhesive contains (A) the organic binder consisting of a thermoplastic resin(preferably contains a hydrogen bond forming functional group) and a thermosetting resin(for example, an epoxy resin, a

phenol resin, etc.) and (B) the conductive filler consisting of (i) conductive particle (one or more kind of metals preferably selected from Cu, Ni, Au, Ag, etc.) and (ii) a conductive coating layer (one or more kind of metals selected from Sn, Zn, In, etc.) which melts approximately at the curing temperature of the component (A) and coats whole surface of the component (i). The amount of the content of the component (B) is 70-95 wt.% and content of the thermoplastic resin in the component (A) is 3-97%.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-265748

(43) 公開日 平成10年(1998)10月6日

(51) IntCl. ⁸	識別記号	F I
C 0 9 J	9/02	C 0 9 J
	11/04	11/04
	201/00	201/00
H 0 1 B	1/22	H 0 1 B
		1/22
		D

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平9-73711

(22) 出願日 平成9年(1997)3月26日

(71) 出願人 000000033

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72) 発明者 瀬尾 篤

静岡県富士市駿島2番地の1 旭化成工業株式会社内

(72) 発明者 田辺 恒彰

静岡県富士市駿島2番地の1 旭化成工業株式会社内

(54) 【発明の名称】 導電性接着剤

(57) 【要約】

【課題】 ICやLSIその他の半導体素子、および各種電気電子部品の組立あるいは基板への接着に用いる、接着性とリワーク性を兼ね備え、しかも高い導電性と、導電性の長期安定性を有し、これら4つの性質がバランスしている導電性接着剤を提供する。

【解決手段】 熱可塑性樹脂および熱硬化性樹脂からなる有機バインダー並びに導電性フィラーからなる導電性接着剤であって、該導電性フィラーは、導電性粒子と、有機バインダーの硬化温度近傍で溶融する、導電性粒子表面全体に被膜された導電性金属コーティング層よりなり、導電性フィラーの量が70～95重量%、有機バインダー中の熱可塑性樹脂の割合が3～97重量%である導電性接着剤。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熱可塑性樹脂および熱硬化性樹脂からなる有機バインダー、並びに導電性フィラーからなる導電性接着剤であって、該導電性フィラーは、導電性粒子と、上記有機バインダーの硬化温度近傍で溶融する、該導電性粒子表面全体を被覆する導電性コーティング層よりなり、該導電性フィラーの含有量が 70～95 重量%、有機バインダー中の熱可塑性樹脂の割合が 3～97 重量%であることを特徴とする導電性接着剤。

【請求項 2】 熱可塑性樹脂が水素結合性を有する樹脂であり、熱硬化性樹脂がエポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド、ポリウレタン、メラミン樹脂、ウレア樹脂からなるグループから選択される少なくとも一種であることを特徴とする請求項 1 に記載の導電性接着剤。

【請求項 3】 熱可塑性樹脂と熱硬化性樹脂が相溶するものであることを特徴とする請求項 2 に記載の導電性接着剤。

【請求項 4】 熱可塑性樹脂がフェノキシ樹脂であり、熱硬化性樹脂がエポキシ樹脂であることを特徴とする請求項 3 に記載の導電性接着剤。

【請求項 5】 導電性粒子が Cu、Ni、Au、Ag、Al、Pd および Pt から選択される 1 種または 2 種以上の金属からなり、導電性コーティング層が Sn、Zn、In、Bi、Pb および Sb から選択される 1 種または 2 種以上の金属からなることを特徴とする請求項 1 に記載の導電性接着剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術的分野】本発明は、IC や LSI その他の半導体素子、および各種電気電子部品の組立あるいは基板への接着に用いるための導電性接着剤に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、IC や LSI その他の半導体素子、および各種電気電子部品の組立あるいは基板への接着には、優れた導電性や高い信頼性の点から Sn-Pb 共晶はんだが広く使用されてきた。ところで、近年機器の軽薄短小化に伴い、LSI 等の半導体素子は小型化、高機能化が進み、それに伴い接続端子の幅および間隔を狭めた微細ピッチの多数接続端子が用いられるようになってきた。このように微細ピッチの多数接続端子化が進むと、はんだは、はんだ付け時にブリッジ現象を起こす危険性を有することから微細ピッチへの対応には限界があった。それに加えて、はんだはリフロー温度が高い為に接合できる部材に制約があり、さらに鉛を含有しているという点で環境保護の観点からの問題も有していた。

【0003】そこで、はんだに代わる接続材料としての導電性接着剤が種々検討されてきており、特に最近の導電性接着剤においては微細な回路の導電性や接着性だけでなく、接着剤としての使用時におけるリワーク性も要

求されてきている。このような導電性接着剤としては、リワーク性を有し、且つ、適用される商品によっても異なるが、体積抵抗が $5 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ 以下であり、接着強度が 5 kgf 以上のものが要求されている。また接合の信頼性の問題から導電性の変化率が 10% 以内であることが望まれている。なお、本発明におけるリワーク性とは、一旦接着した回路を導電性の不十分なところが生じた場合に、その部分の部材を公知の手段を用いて剥がし、不都合な箇所を改善して、正確にもう一度接着し直すことが可能な性質をいい、複雑な回路基板の接続を行う時には必要とされる性質である。

【0004】ところで、導電性接着剤として、従来、エポキシ樹脂-銀系やフェノール樹脂-銀系の熱硬化性樹脂のみをバインダーとして用いた導電性接着剤も広く使われてきているが、このような熱硬化性樹脂のみをバインダーとして用いた導電性接着剤は、接着力が強いものの、接着した部材が不良であった場合に部材を剥がす（リワーク）ことができないことから、最近の導電性接着剤に対する要求を満足せず、該接着剤を使用するうえで問題を有していた。

【0005】これに対して熱可塑性樹脂のみをバインダーとして用いた導電性接着剤があるが、加熱あるいは溶剤によって容易にリワークできるという利点はあるものの、熱硬化性樹脂をベースにした接着剤よりも、通常、接着強度が弱いという問題があった。また、エポキシ樹脂にはんだ粒子を混合することでリワーク可能にしている例があるが（特開昭 59-100176 号公報）、リワークに高温が必要であるという問題があった。

【0006】また、スズをコーティングした導電性フィラーと熱可塑性樹脂バインダーを用いて、導電性及び接着強度およびリワーク性を兼ね備えている例もあるが（特開平 8-227613 号公報）、導電性の長期耐久性の面から充分なものではなかった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の導電性接着剤では相反する性質であった接着性とリワーク性を兼ね備え、しかも高い導電性と、導電性の長期安定性を有する導電性接着剤を提供することにある。すなわち、これら 4 つの性質がバランスしている導電性接着剤を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討を行った結果、熱可塑性樹脂と熱硬化性樹脂からなる有機バインダーを用いるとともに、導電性フィラーとして、有機バインダーの硬化温度近傍で溶融する導電性コーティング層で導電性粒子表面全体を被覆してなる導電性フィラーを用いることで、リワーク性、接着性、導電性、導電性の長期安定性の 4 つの性質がバランスしている導電性接着剤が得られることを見いだし本発明に至った。

【0009】すなわち、本発明は、

1. 熱可塑性樹脂および熱硬化性樹脂からなる有機バインダー、並びに導電性フィラーからなる導電性接着剤であって、該導電性フィラーは、導電性粒子と、上記有機バインダーの硬化温度近傍で溶解する、該導電性粒子表面全体を被覆する導電性コーティング層よりなり、該導電性フィラーの含有量が70～95重量%、有機バインダー中の熱可塑性樹脂の割合が3～97重量%であることを特徴とする導電性接着剤、

2. 熱可塑性樹脂が水素結合性を有する樹脂であり、熱硬化性樹脂がエポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド、ポリウレタン、メラミン樹脂、ウレア樹脂からなるグループから選択される少なくとも一種であることを特徴とする上記1の導電性接着剤、

3. 熱可塑性樹脂と熱硬化性樹脂が相溶するものであることを特徴とする上記2の導電性接着剤、

4. 熱可塑性樹脂がフェノキシ樹脂であり、熱硬化性樹脂がエポキシ樹脂であることを特徴とする上記3の導電性接着剤、

5. 導電性粒子がCu、Ni、Au、Ag、Al、PdおよびPtから選択される1種または2種以上の金属からなり、導電性コーティング層がSn、Zn、In、Bi、PbおよびSbから選択される1種または2種以上の金属からなることを特徴とする上記1の導電性接着剤、を提供するものである。

【0010】以下、本発明を詳細に説明する。本発明で用いられる熱硬化性樹脂としては、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド、ポリウレタン、メラミン樹脂、ウレア樹脂等が挙げられる。エポキシ樹脂としては、例えばビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、(クレゾール)ノボラック型エポキシ樹脂、ハロゲン化ビスフェノール型、レゾルシン型、テトラヒドロキシフェノールエタン型、ポリアルコールポリグリコール型、グリセリントリエーテル型、ポリオレフィン型、エポキシ化大豆油、シクロペンタジエンジオキシド、ビニルシクロヘキセンジオキシドなどが挙げられ、なかでもビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、(クレゾール)ノボラック型エポキシ樹脂が好ましい。

【0011】また1分子中に1個以上のグリシジル基を有する液状エポキシ化合物を用いることもできる。このような化合物の例としては、フェノキシアルキルモノグリシジルエーテル、ビスフェノールAジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル、ヘキサジオールジグリシジルエーテル、水添ビスフェノールAジグリシジルエーテル、ネオペンチルグルコールジグリシジルエーテル、グリセリンジグリシジルエーテル、N,Nジグリシジルアニリン、N,Nジグリシジルトルイジン、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテ

ル、グリセリントリグリシジルエーテルおよび液状の各種ポリシロキサンジグリシジルエーテルなどが例示される。特にネオペンチルグルコールジグリシジルエーテル、グリセリンジグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテルが好ましい。

【0012】本発明に用いるエポキシ硬化剤としては一般的なエポキシ硬化剤を用いることができる。例えば、脂肪族ポリアミン系としてトリエチレンテトラミン、m-キシレンジアミンなどがあり、芳香族アミン系としてはm-フェニレンジアミン、ジアミノジフェニルスルホンなどがあり、第三級アミン系としてはベンジルジメチルアミン、ジメチルアミノメチルフェノールなどがあり、酸無水物系としては無水フタル酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸などがあり、三フッ化ホウ素アミンコンプレックス系としてはBF₃-ピペリジンコンプレックスなどがある。また、ビスフェノールAなどのビスフェノール化合物でも良い。ジシアンジアミド、2-エチル-4-メチルイミダゾール、トリス(メチルアミノ)シランなども用いることができる。樹脂系硬化剤としてはリノレン酸二量体とエチレンジアミンなどから作ったポリアミド樹脂、両端にメルカプト基を有するポリスルフィド樹脂、ノボラック系フェノール樹脂などがある。これらは単独で用いても良いし、2種以上を組み合わせ用いても良い。

【0013】硬化剤の添加量は硬化剤の種類により異なり、例えば酸無水物系などのように化学量論的にグリシジル基と反応する場合は、エポキシ当量から最適添加量が決められる。また触媒的に反応する場合は、3～30重量%が一般的である。これらの硬化剤の室温での反応性が高い場合は使用直前に開始剤を含む液を接着剤に混合したり、硬化剤を100μm程度のゼラチンなどのカプセルに封入したマイクロカプセルにするなどができる。

【0014】本発明に用いられる熱可塑性樹脂としてどのような熱可塑性樹脂でも使用可能であるが、その構造の中に水素結合性の官能基を有するものが好ましい。水素結合性を有する官能基としては水酸基、アミド基、ウレア基、イミド基、エステル基、エーテル基、チオエーテル基、スルホン基、ケトン基などがある。このような熱可塑性樹脂としては、例えば、フェノキシ樹脂、熱可塑性ポリウレタン、ポリビニルブチラール、ポリアミド、熱可塑性ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、ポリビニルエーテル、ポリサルホン、ポリビニルアルコール、ポリビニルホルマール、ポリ酢酸ビニル、メタクリル樹脂、アイオノマー樹脂などが挙げられる。水素結合性の官能基を有する熱可塑性樹脂が特に優れている理由は明らかではないが金属との間で水素結合をすることで濡れが良くなるためと考えられる。

【0015】また、本発明で用いられる熱可塑性樹脂

は、ガラス転移温度が300℃以下であることが好ましい。ガラス転移温度が300℃を超えると、接着剤としての使用および熱リワーク時に300℃以上の高温にする必要があることから、接着する部材の劣化等の問題があり好ましくない。このような熱可塑性樹脂の中ではフェノキシ樹脂、熱可塑性ポリウレタン、ポリビニルブチラールがより好ましく、特にフェノキシ樹脂が好ましい。

【0016】本発明の導電性接着剤は、熱硬化性樹脂に熱可塑性樹脂を混合することで十分な強度を発現し、また熱可塑性樹脂のガラス転移点以上に加熱したり、硬化物の強度を弱くする溶剤を使用する事によりリワークが可能になり、さらに導電性の長期安定性が得られたものである。本発明において、熱可塑性樹脂は、熱硬化性樹脂と熱可塑性樹脂とからなる有機バインダーに対して3〜97重量%含有させる必要がある。熱可塑性樹脂の割合が3重量%よりも少ないとリワークすることができず、熱可塑性樹脂の割合が97重量%を超えると十分な接着強度が発現せず、また導電性の長期安定性も得られない。

【0017】また、十分な強度を発現するためには熱硬化性樹脂と熱可塑性樹脂が相溶するような組み合わせを選定し、相溶するような混合割合で使用することが好ましい。なお、本発明において相溶とは両方の樹脂を単独あるいは溶剤に溶解した状態で混合した後に、溶剤を使用した場合は乾燥して溶剤を留去した状態で白濁しないことをいう。このような樹脂の組合せとして、例えばエポキシ樹脂とフェノキシ樹脂を挙げることができる。

【0018】本発明に用いられる導電性フィラーは、導電性粒子と該導電性粒子表面全体に形成された、有機バインダーの硬化温度近傍で溶融する導電性コーティング層からなる。ここで、有機バインダーの硬化温度近傍で溶融するとは、有機バインダーの硬化温度の±50℃以内で溶融することである。本発明に用いられる導電性フィラーの導電性コーティング層としては、Sn、Zn、In、Bi、PbおよびSbからなるグループから選択される1種類または2種類以上の金属が使用できる。Snは銅、銀、金などの電極用金属と金属間化合物を形成しやすいので特に好ましい。導電性コーティング層としては上記金属だけでなく、熱可塑性樹脂を含む導電性ポリマー、例えばポリアニリン、ポリチオフェンなどを使用することもできる。このような導電性コーティング層の層厚みは0.1〜1μmが好ましい。

【0019】本発明に用いられる導電性粒子としては、Cu、Ni、Au、Ag、Al、PdおよびPtからなるグループから選択される1種類または2種類以上の金属が使用できる。また、このような導電性粒子として、高分子材料の表面に金属の表面を形成したものも使用することができる。該高分子材料としては、例えばポリエステル樹脂、ポリビニルアセタール樹脂が挙げられる。

【0020】導電性粒子の形状は、球状、鱗片状等どのような形状であっても良い。球状の導電性粒子の粒径は0.1〜10μmであることが好ましい。またリン片状の導電性粒子の平均径（長径と短径がある場合には両者の平均値）は1〜30μmであることが好ましい。特に、平均組成 Ag_xCu_{1-x} （0.01≤x≤0.4、xは原子比を示す。）で表される銅合金粉末であって銅合金粉末表面の銀濃度が平均の銀濃度より大きく、かつ内部から表面に向けて銀濃度が次第に増加する領域を有する金属を使用することもできる。このような銅合金粉末を用いることで、十分な耐酸化性と耐マイグレーション性を得ることができる。

【0021】xが0.01未満では十分な耐酸化性が得られず、0.4を超える場合には耐エレクトロマイグレーション性が不十分である。該銅合金粉末は、すでに公知の方法で得ることができる（特開平1-205561号公報）。中でも、不活性ガスアトマイズ法により作製される銅合金粉末が特に好ましい。銅合金粉末は、表面の銀濃度が平均の銀濃度より大きく、かつ内部から表面に向けて銀濃度が次第に増加する領域を有しているが、銅合金粉末表面の銀濃度は平均の銀濃度の2.1倍以上が好ましく、さらに3倍以上30倍以下が好ましい。このような粉末の形状は、スタンプミル、ボールミル、振動式ボールミル等の方法で機械的に変形させて得た鱗片状やその他の形状のものをを用いることも可能である。

【0022】銅合金粉末の平均粒子径は、0.1〜10μmであるが、球状の場合は、1〜10μmが好ましい。鱗片状の場合には、平均径（長径と短径がある場合には両者の平均値）が1〜30μmが好ましい。このような有機バインダーの硬化温度近傍で溶融する導電性コーティング層で表面全体が被膜された導電性粒子からなる導電性フィラーを用いると、接着時に行う、有機バインダーを硬化させる為の加熱の際に導電性コーティング層が溶融することから、隣接する導電性フィラー同士は互いに溶着して鎖状に連結される。また電極との接触界面では、導電性コーティング層は溶融して電極金属と金属間化合物を形成して強固に結合される。したがって対向する電極の間に形成される導電性フィラーによる鎖状連結構造は、金属どうしの溶融接合により機械的および電気的に強固に接続される。

【0023】本発明に用いられる導電性フィラーは種々の方法で製造できるが、例えば、導電性粒子表面に湿式メッキあるいは真空蒸着法などの乾式メッキにより導電性コーティング層を形成することで容易に製造することができる。導電性フィラーと樹脂の配合比率は導電性粉末：結合剤＝70：30〜95：5（重量比）であることが好ましい。導電性フィラーが70重量%未満では十分な導電性が得られず、また95重量%を超えると作業性や半導体チップとのなじみ性が悪くなる。

【0024】本発明における導電性接着剤には添加物と

して硬化促進剤、難燃剤、レベリング剤、チクソ性付与剤、沈降防止剤、カップリング剤、モノエポキシ化合物、顔料、消泡剤、腐食防止剤、粘着性付与剤など各種の添加剤をもちいることができる。導電性接着剤として用いるためには、使用時の粘度が重要なファクターとなる。粘度を調整するためにモノエポキシ化合物や例えばジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、メチルエチルケトン、メチルセロソルブ、メチルカルビトール、カルビトール、カルビトールアセテート、酢酸ブチルセロソルブ、酢酸エチルセロソルブ、酢酸メチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、エチルセロソルブ、メチルセロソルブ等の溶媒を単独あるいは複数の混合系を適当量混合することも可能である。得られる溶液もしくはペースト状物の粘度が5000~40000cP、より好ましくは20000~70000cPであることが作業性の面から好ましい。

【0025】本発明に用いる導電性接着剤組成物は上記の各種成分をボールミル、ローミル、プラネタリーミキサー等の各種混練機を用いて常法により、例えば10~60分間混練する事により得られる。混練した導電性接着剤は、スクリーン印刷、ディスペンサー塗布等の方法により、絶縁基体やリードフレームに塗布する。

【0026】本発明の導電性接着剤の加熱硬化条件は、樹脂が充分硬化するとともに、導電性コーティング剤が溶融する温度であり、熱による劣化が問題にならない範囲であれば特に制限はない。一般的な温度範囲としては、150℃~230℃であるが、固形の硬化剤を溶融する目的あるいはボイドの生成を防ぐ目的でこれより低い温度で予備加熱を行っても良い。

【0027】本発明の導電性接着剤は、容易にリワークが可能であるという特徴を有する。良好にリワークする為には接着する部材の劣化温度以下で熱可塑性樹脂のガラス転移点の50℃以上に加熱することが好ましく、80℃以上に加熱することがより好ましい。また、熱可塑性樹脂を溶解する溶剤を使用することで、リワークすることができる。ここでリワークに用いられる溶剤としては接着剤硬化物の接着強度を弱めるものであれば特に制限されるものではないが、例えばジメチルホルムアミド(DMF)、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン(NMP)、メチルエチルケトン、メチルセロソルブ、メチルカルビトール、カルビトール、カルビトールアセテート、酢酸ブチルセロソルブ、酢酸エチルセロソルブ、酢酸メチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、エチルセロソルブ、メチルセロソルブ等の溶媒を単独あるいは複数の混合系を適当量混合して用いるのが好ましい。

【0028】このように本発明における導電性接着剤は種々の方法でリワークすることが可能であり、用途や目的に応じて好ましい方法を選択することができる。なお、本発明においてリワークとは、接着物を熱可塑性樹

脂のガラス転移温度以上、接着する部材の劣化温度以下の範囲で加熱すること、あるいは溶剤を使用することで剪断強度が3kgf以下になり、ピンセットで引張る等のわずかな力を加えることで被接着物が部材から脱離することをいう。

【0029】

【発明の実施の形態】以下の実施例と比較例によって本発明を具体的に説明する。実施例及び比較例において評価は下記のように行った。

10 剪断強度：銅板上に導電性接着剤を膜厚70~100μmを保って、幅2mm、長さ2mmに塗布し、銅チップ(2mm×2mm×1mm)を5つのせて所定温度で硬化させ、作成した硬化物にブッシュプルゲージの先端を押し込みチップ脱落時の強度を読み取ることで測定した。

リワーク性：上記作成した硬化物をオープンで180℃×10分加熱した直後に銅チップをピンセットで引張り、脱落するかどうかで評価した。

20 体積固有抵抗値：導電性接着剤をFR4基板上に膜厚50~100μmを保って、幅1cm、長さ7cmに塗布し所定温度で硬化させ作成した導体の1cmの抵抗値(R)をデジタルマルチメーターを用いて測定し、次式に数値を代入することで算出した。

体積固有抵抗値 $=R \times t \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$ R：抵抗値
t：膜厚μm

また、85℃、85%に設定した恒温恒湿槽に上記サンプルを入れ、500時間後の体積抵抗を測定して、導電性の長期安定性を評価した。

30 【0030】なお、各実施例を行うにあたって、各実施例の樹脂の配合割合で互いに相溶することを目視で確認した。

【0031】

【実施例1】フェノキシ樹脂(PAPHEN(株)製PKHC)のDMF30重量%溶液16.7重量部とビスフェノールA型エポキシ樹脂(旭チバ(株)製、AER2664)95重量部、および平均粒径5μmの銅粉に平均0.5μmの厚みにスズをコーティングした金属フィラー900重量部を3本ロールで混練して得たペーストに、マイクロカプセル型エポキシ硬化剤(旭化成工業(株)製ノバキュアHX3613)を36重量部に加え、金属へらで5分間混練した。この導電性接着剤を80℃×30分間、230℃×1時間硬化させて上記方法で評価したところ、本硬化物はリワーク可能であった。剪断強度は21.5kgf、体積固有抵抗は $2.1 \times 10^{-5} \Omega \text{cm}$ であった。500時間後の体積抵抗を測定したところ $2.2 \times 10^{-5} \Omega \text{cm}$ であった。導電性と強度を兼備し、しかもリワーク性があり、さらに導電性が長期に亘り安定な導電性接着剤である。

【0032】

50 【実施例2】フェノキシ樹脂(PAPHEN(株)製P

9

KHC) の DMF 30 重量% 溶液 16.7 重量部とビスフェノール A 型エポキシ樹脂 (旭チバ (株) 製、AER 2664) 95 重量部、および平均粒径 $5 \mu\text{m}$ の平均組成 $\text{Ag}_x\text{Cu}_{1-x}$ で表される銅合金粉末 ($x=0.168$) にスズを平均 $0.5 \mu\text{m}$ の厚みにコーティングした金属フィラー 900 重量部を 3 本ロールで混練して得たペーストに、マイクロカプセル型エポキシ硬化剤 (旭化成工業 (株) 製 ノバキュア HX3613) を 36 重量部加え、金属へらで 5 分間混練した。実施例 1 と同様の加熱条件で硬化させ、同様の方法で評価したところ、本硬化物はリワーク可能であった。剪断強度は 20.3 kgf 、体積固有抵抗は $5.2 \times 10^{-5} \Omega\text{cm}$ であった。500 時間後の体積抵抗を測定したところ $5.6 \times 10^{-5} \Omega\text{cm}$ であった。導電性と強度を兼備し、しかもリワーク性があり、さらに導電性が長期に亘り安定な導電性接着剤である。

【0033】

【比較例 1】フェノキシ樹脂 (PAPHEN (株) 製

10

PKHC) の DMF 30 重量% 溶液 333.3 重量部、および銅合金粉末 900 重量部を 3 本ロールで混練して得たペーストを金属へらで 5 分間混練した。この導電性接着剤を $80^\circ\text{C} \times 15$ 分間、 $230^\circ\text{C} \times 30$ 分間硬化させて上記と同様の方法で評価したところ、剪断強度は 2.3 kgf 、体積固有抵抗は $2.2 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$ であった。500 時間後の体積抵抗を測定したところ $3.5 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$ であった。強度、導電性は不十分であり、さらにヒートサイクル後、体積固有抵抗の変化率が 59% もあり、要求値をみたさない導電性接着剤である。

【0034】

【発明の効果】本発明の導電性接着剤は、従来の導電接着剤では相反する性質であった接着性とリワーク性を兼ね備え、しかも高い導電性と、導電性の長期安定性を有し、これら 4 つの性質がバランスしていることから産業上大いに有用である。